

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-025600

(43)Date of publication of application : 01.02.1994

(51)Int.Cl.

C09D183/04

C08K 3/22

C08K 5/54

C08K 5/56

C08L 83/04

G02B 1/10

(21)Application number : 04-183708

(71)Applicant : ASAHI OPTICAL CO LTD

(22)Date of filing : 10.07.1992

(72)Inventor : SAKAI YASUHIRO

(54) HARD-COAT COMPOSITION APPLICABLE BY SPIN-COATING

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide a hard-coat composition for spectacle lens capable of forming a hard coat layer having excellent appearance, transparency, heat- resistance, scratch resistance and weather resistance by using a spin-coating process.

CONSTITUTION: This hard-coat composition applicable by spin-coating is composed of (A) at least one kind of substance selected from organic silane compound, organic polysiloxane, fluorine-containing silicone compound, organic titanate compound, their hydrolyzed product and metal oxide and (B) a solvent. The total solid concentration of the composition is 1-25wt.% and the solid concentration of the metal oxide is 10wt.% based on the total solid content of the composition.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平 6 - 2 5 6 0 0

(43) 公開日 平成 6 年 (1 9 9 4) 2 月 1 日

(51) Int. Cl. ^s	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C09D183/04	PMT	8319-4J		
C08K 3/22	LRX	7242-4J		
5/54	LRU	7242-4J		
5/56	LRV	7242-4J		
C08L 83/04	LRR	8319-4J		

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全 5 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平 4 - 1 8 3 7 0 8
(22) 出願日 平成 4 年 (1 9 9 2) 7 月 1 0 日

(71) 出願人 0 0 0 0 0 5 2 7
旭光学工業株式会社
東京都板橋区前野町 2 丁目 3 6 番 9 号
(72) 発明者 坂井 康弘
東京都板橋区前野町 2 丁目 3 6 番 9 号 旭
光学工業株式会社内
(74) 代理人 弁理士 三浦 邦夫

(54) 【発明の名称】 スピンコート可能なハードコート組成物

(57) 【要約】

【目的】 スピンコート方式を用いて外観、透明性、耐熱性、耐擦傷性及び耐候性に優れたハードコート層を形成しうる眼鏡レンズ用ハードコート組成物を提供すること。

【構成】 有機シラン化合物、有機ポリシロキサン、含フッ素シリコン化合物、有機チタネート化合物及びこれらの加水分解物並びに金属酸化物のうちの少なくとも 1 種と溶媒からなり、組成物の総固形分濃度が 1 ~ 2 5 重量%であり、かつ金属酸化物の固形分濃度が組成物の総固形分の 1 0 重量%以下であることを特徴とするスピンコート可能なハードコート組成物である。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 有機シラン化合物、有機ポリシロキサン、含フッ素シリコン化合物、有機チタネート化合物及びこれらの加水分解物並びに金属酸化物のうちの少なくとも 1 種と溶媒からなり、組成物の総固形分濃度が 1 ～ 25 重量%であり、かつ金属酸化物の固形分濃度がハードコート組成物の総固形分の 10 重量%以下であることを特徴とするスピンコート可能なハードコート組成物。

【請求項 2】 溶媒が炭素原子数 1 ～ 4 個の低級アルコール及びエーテルのうちの 1 種以上を含み、これらの使用合計量がハードコート組成物中の全溶媒量の 60 重量%以上を占める請求項 1 記載のスピンコート可能なハードコート組成物。

【請求項 3】 金属酸化物が、チタン、セリウム、鉄、アンチモン、亜鉛、タングステン、スズ、珪素、ジルコニウム及びアルミニウムのうちの少なくとも 1 種の金属の酸化物である請求項 1 記載のスピンコート可能なハードコート組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、スピンコート可能なハードコート組成物に関する。

【0002】

【従来技術及びその問題点】 眼鏡用プラスチックレンズは、軽量であり、割れ、かけが生じにくいという反面、傷が生じやすい、耐薬品性、耐熱性に劣る等の欠点があった。これらの欠点を克服するために、従来からディップコート方式、スピンコート方式などによりプラスチックレンズの表面にハードコートを塗布することが提案されてきた。

【0003】 しかしながら、このコート膜を塗布する場合、ディップ方式であると、その性格上リップングと呼ばれるコート液の溜まりがレンズ表面に発生し、外観不良等の原因となった。また、スピンコート方式を適用すると、この方式特有の放射状の溝が生じるなどの外観不良が発生し、ハードコート層のクラック、失透などの原因となっていた。

【0004】

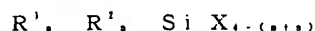
【発明の目的】 本発明は、前記従来技術の欠点を解消し、スピンコート方式を用いて外観、透明性、耐熱性、耐擦傷性及び耐候性に優れたハードコート層を形成する眼鏡レンズ用ハードコート組成物を提供することを目的とする。

【0005】

【発明の概要】 本発明は、コーティング組成物の総固形

分濃度及び金属酸化物の固形分濃度を特定範囲に選定することによって上記目的を達成したものである。すなわち、本発明によるスピンコート可能なハードコート組成物は、有機シラン化合物、有機ポリシロキサン、含フッ素シリコン化合物、有機チタネート化合物及びこれらの加水分解物並びに金属酸化物のうちの少なくとも 1 種と溶媒からなり、組成物の総固形分濃度が 1 ～ 25 重量%であり、かつ金属酸化物の固形分濃度がハードコート組成物の総固形分の 10 重量%以下であることを特徴とする。

【0006】 本発明のハードコート組成物に使用しうる有機シラン化合物は、様々なものであってよいが、例えば、一般式



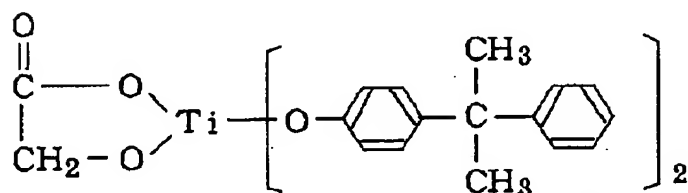
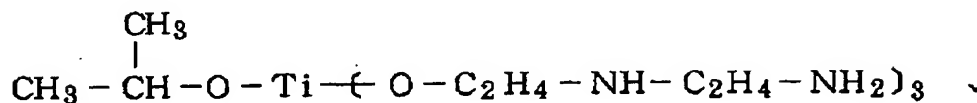
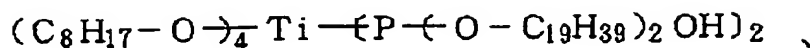
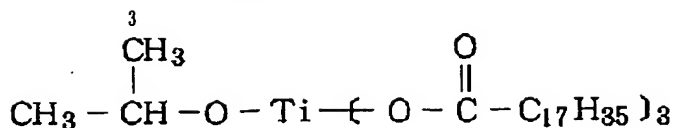
【式中 R^1 はアルキル基、アルケニル基、フェニル基又はハロゲンを示し、 R^2 はエポキシ基、グリシドキシ基、アミノ基、アミド基、メルカプト基、メタクリロイルオキシ基、シアノ基又は核置換芳香環を有する有機基を示し、 X はハロゲン、アルコキシ基、アルコキシアルコキシ基、アシルオキシ基などの加水分解可能な基を示し、 m 及び n はそれぞれ 0 ～ 2 の数を示し、 $m + n \leq 3$ である】で表わされるシラン化合物及びその加水分解物が挙げられる。これらのうち 1 種又は 2 種以上を混合して用いることもできる。

【0007】 また、有機ポリシロキサンとしては、各種のものを使用することができ、例えば、1, 3-ジメトキシテトラメチルジシロキサン、1, 3-ジエトキシテトラメチルジシロキサン、 $[C_2H_5O(C_2H_5)_2Si]_n$ 、 O_2 、 $[CH_2=CH(C_2H_5)_2Si]_n$ 、 O_2 など及びこれらの加水分解物が挙げられる。これらのうち 1 種又は 2 種以上を混合して用いることもできる。

【0008】 含フッ素シリコン化合物としては、様々なものを使用でき、例えば、 $(MeO)_2SiC_2H_5$ 、 C_2H_5F 、 $C_2H_5Si(OMe)_2$ 、 $(MeO)_2MeSiC_2H_5$ 、 C_2H_5F 、 $C_2H_5SiMe(OMe)_2$ 、 $CF_3(CF_3)_2C_2H_5Si(OMe)_2$ 、 $CF_3(CF_3)_2C_2H_5SiCl$ 、【上記式中、 Me は CH_3 を示す】など及びこれらの加水分解物が挙げられる。これらのうち 1 種又は 2 種以上を混合して用いることもできる。

【0009】 また、有機チタネート化合物としては、様々なものを用いることができ、特に制限はなく、例えば、次式の化合物など及びこれらの加水分解物が挙げられる。これらのうち 1 種又は 2 種以上を混合して用いることもできる。

【化 1】



【 0 0 1 0 】 また、金属酸化物としては、チタン、セリウム、鉄、アンチモン、亜鉛、タングステン、スズ、珪素、ジルコニウム及びアルミニウムのうちの少なくとも

1 種の金属の酸化物が挙げられる。
【 0 0 1 1 】 本発明の組成物においては、上記のような有機シラン化合物、有機ポリシロキサン、含フッ素シリコン化合物、有機チタネート化合物及びこれらの加水分解物並びに金属フッ化物のうちの少なくとも 1 種を含有し、組成物中の総固形分濃度が 1 ～ 2 5 重量%であることが必要である。この総固形分濃度が 1 重量%未満であると、所望の屈折率、耐候性、耐摩耗性、膜厚等の物性が得られず、また、2 5 重量%を超えると、コート膜の失透、クラック、スピンコート特有の放射状の溝等の原因となる。

【 0 0 1 2 】 本発明のハードコート組成物においては、総固形分濃度の上記の範囲内となるように各成分の配合割合を所望の屈折率、硬度、耐熱性、耐擦傷性、耐候性、染色性など、所望の特性の調和を考慮してその都度適宜選定することができるが、金属酸化物については、その固形分濃度がハードコート組成物の総固形分の 1 0 重量%以下であることが好ましい。金属酸化物の濃度が 1 0 重量%を超えると、コート膜の失透、クラック等の原因となる。

【 0 0 1 3 】 さらに、本発明のハードコート組成物は、上記のような成分を溶媒に分散して含有する。溶媒としては、アルコール類、ケトン類、セロソルブ類、エーテル類、エステル類、ホルムアミド類、水などが挙げられるが、これらのうち炭素原子数 1 ～ 4 個の低級アルコール及びエーテル類のうちの 1 種以上を用いるのが好ましい。低級アルコール及びエーテル類の合計量が全溶媒量の 6 0 重量%以上を占めるのが好ましく、7 0 重量%以上であるのがより好ましい。低級アルコール量が全溶媒量の 6 0 重量%未満であると、スピンコート特有の放射

状の溝が発生しやすく、また、充分な膜厚が、硬度等が得られない。低級アルコールとしては、例えば、メチルアルコール、エチルアルコール、n-プロピルアルコール、イソプロピルアルコール、n-ブチルアルコール、イソブチルアルコール、sec-ブチルアルコール、tert-ブチルアルコールなどが挙げられ、エーテル類としては、例えば、ジメチルエーテル、メチルエチルエーテル、メチルイソプロピルエーテル、ジエチルエーテル、さらにジオキサンなどが挙げられる。

【 0 0 1 4 】 一般に、スピンコートを行う場合には、従来、低級アルコールのように乾燥速度の速い溶媒を用いると、塗布液が十分に拡がらず、均一な塗布ができないと考えられていたため、高沸点溶媒が使用されてきた。しかしながら、本発明においては、溶媒の全部又は高割合が低級アルコールである場合に、良好な塗布結果が得られた。

【 0 0 1 5 】 また、本発明のハードコート組成物には、さらに硬化剤、例えば、トリエチルアミン、n-ブチルアミン等の有機アミン、グリシン等のアミノ酸、アルミニウムアセチルアセトネート、クロムアセチルアセトネート、チタニアアセチルアセトネート、コバルトアセチルアセトネート等の金属アセチルアセトネート、酢酸ナトリウム、ナフテン酸亜鉛、ナフテン酸コバルト、オクチル酸亜鉛、オクチル酸錫等の有機酸金属塩、塩化第二錫、塩化アルミニウム、塩化第二鉄、塩化チタン、塩化亜鉛、塩化アンチモン等のルイス酸、過酸化水素等の過酸化水素などを添加することができる。これらの硬化剤のうち、特に、アルミニウムアセチルアセトネート及び過酸化水素が好ましい。

【 0 0 1 6 】 本発明によるハードコート組成物は、必要に応じて、さらに界面活性剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、チキソトロピー剤、顔料、染料、帯電防止剤、導電性粒子などを含んでもよい。さらに、硬度などの性

質を向上させるため、エポキシ樹脂、アクリル樹脂などの有機高分子化合物を添加することもできる。

【0017】本発明によるハードコート組成物は、プラスチックレンズの表面に施されるものである。プラスチックレンズとしては、例えばポリ（ジエチレングリコールビスアリルカーボネート）、ポリメチルメタクリレート、ポリカーボネート、ポリスチレン、ポリ塩化ビニル、ポリウレタン、含硫ウレタン樹脂などからなるレンズが挙げられる。

【0018】本発明のハードコート組成物は、スピニング法によってレンズ表面に塗布することができる。スピニングを行う際の回転速度は、レンズの寸法、形成すべき膜の厚さなどによって適宜決定することができる。

【0019】塗膜の乾燥及び硬化は、用いた成分などの条件によって適宜選定するが、通常40～150℃で、10分～10時間の加熱による硬化が好ましい。

【0020】膜厚は、溶媒の種類、固形分濃度、スピニングコーターの回転速度などにより適宜調節することができ、通常、0.5～10μmとする。

【0021】

【実施例】次に、実施例に基づいて本発明をさらに詳しく説明するが、本発明はこれによって制限されるものではない。

【0022】実施例1

γ-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン60重量部に0.01規定の塩酸18重量部、γ-グリシドキシプロピルメチルジメトキシシラン75重量部に0.01規定の塩酸19重量部、さらにβ-(3,4-エポキシクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン15重量部に0.1規定の塩酸4重量部及びエチルアルコール4重量部をそれぞれ混合して加水分解し、20℃で16時間攪拌した。

【0023】得られた混合液に界面活性剤として、ゾニールFSN（デュボン社製）1.5重量部、硬化剤としてアルミニウムアセチルアセトネート2重量部、溶媒として1,4-ジオキサン35重量部、イソブチルアルコール35重量部、メチルアルコール92.4重量部、その他デナコールEX146（長瀬産業社製エポキシ樹脂）5重量部及びメタノール分散酸化アンチモンゾル（濃度：30重量%）37.5重量部を加え、混合してコーティング組成物（総固形分濃度8.6重量%）を調製した。

【0024】屈折率1.6のウレタン樹脂レンズ基板に上記のコーティング組成物1.5mlを回転速度300rpmで均一になるように塗布し、回転速度を2500rpmに上げ、その速度を15秒間維持し、その後減速を行い、130℃で4時間加熱硬化させ、膜厚1.2μm、

屈折率1.57のハードコート膜を形成した。

【0025】実施例2

γ-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン20重量部に0.01規定の塩酸7重量部、γ-グリシドキシプロピルメチルジメトキシシラン30重量部に0.01規定の塩酸8重量部、さらにβ-(3,4-エポキシクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン6重量部に0.1規定の塩酸2重量部及びエチルアルコール1重量部をそれぞれ混合して加水分解し、20℃で16時間攪拌した。

【0026】得られた混合液に界面活性剤として、ゾニールFSN（デュボン社製）0.4重量部、硬化剤としてアルミニウムアセチルアセトネート1重量部、溶媒としてメチルアルコール15.5重量部及び1,4-ジオキサン15.5重量部、その他デナコールEX146（長瀬産業社製エポキシ樹脂）2重量部を加えて攪拌し、その混合液に10重量%メタノール分散スズ・タングステン複合ゾル80重量部を加え、さらに攪拌熟成してコーティング組成物（総固形分濃度4重量%）を調製した。

【0027】屈折率1.66のウレタン樹脂レンズ基板を300rpmで回転させながら、上記コーティング組成物1.5mlを均一に塗布し、2500rpmで15秒間維持し、その後減速し、得られたレンズを130℃で4時間加熱硬化させ、膜厚0.8μm、屈折率1.62の均一なハードコート膜を形成した。

【0028】実施例3

実施例2と同様にして製造したγ-グリシドキシプロピルトリメトキシシランの加水分解物2.4重量部、γ-グリシドキシプロピルメチルジメトキシシランの加水分解物30重量部及びβ-(3,4-エポキシクロヘキシル)エチルトリメトキシシランの加水分解物6重量部を、メタノールと1,4-ジオキサンとの1:1混合溶媒32.1重量部に混合し、メタノール分散アンチモンゾル150重量部、ゾニールFSN1重量部及びデナコールEX146を2重量部混合攪拌してコーティング組成物（総固形分濃度2.1重量%）を得た。

【0029】屈折率1.66のウレタン樹脂レンズ基板を300rpmで回転させながら、上記コーティング組成物1.5mlを均一に塗布し、4000rpmで15秒間維持し、その後減速し、得られたレンズを125℃で4時間加熱硬化させ、膜厚1.1μm、屈折率1.57の均一なハードコート膜を形成した。

【0030】

【発明の効果】本発明のハードコート組成物は、スピニング方式を適用しても、放射状の溝などの外観不良がなく、クラックや失透なども発生せず、外観、透明性、耐熱性、耐擦傷性及び耐候性に優れたハードコート膜を形成することができる。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁵
G02B 1/10

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

Z 7132-2K